

51

Int. Cl.:

C 11 d, 7/02

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 23 e, 2

10

11

21

22

43

Offenlegungsschrift 2 264 230

Aktenzeichen: P 22 64 230.4

Anmeldetag: 30. Dezember 1972

Offenlegungstag: 18. Juli 1974

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Schnelllösliche, bleichend und desinfizierend wirkende Tablette

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Henkel & Cie GmbH, 4000 Düsseldorf

Vertreter gem. § 16 PatG: —

72

Als Erfinder benannt: Manchot, Jürgen, Dipl.-Chem. Dr., 4021 Metzkausen;
Boeck, Alexander, Dipl.-Chem. Dr., 4000 Düsseldorf-Eller;
Berg, Markus, Dipl.-Chem. Dr., 4000 Düsseldorf-Holthausen;
Ilc, Vlado, Dipl.-Chem., 4000 Düsseldorf-Hassels

DT 2 264 230

HENKEL & CIE GMBH

Patentabteilung
Dr. Wa./Cl

Düsseldorf, den 28.12.1972
Henkelstr. 67

2264230

P a t e n t a n m e l d u n g
D 4606

Schnelllösliche, bleichend und desinfizierend wirkende
Tablette

Es sind Reinigungs-, Bleich- und Desinfektionsmittel in Form von Tabletten bekannt, die aktivchlorhaltige Verbindungen, insbesondere Dichlorisocyanursäure und deren Alkalimetallsalze enthalten. In der Mehrzahl der Fälle, z.B. den amerikanischen Patentschriften 3 338 836, 3 342 674 und 3 361 675, den britischen Patentschriften 1 090 166 und 1 151 822, dem französischen Patent 1 441 189 und dem österreichischen Patent 239 738, handelt es sich um Wasch- bzw. Reinigungsmitteltabletten, die in der Hauptsache anorganische Reinigungssalze, insbesondere Polymerphosphate, sowie Tenside enthalten. Der Anteil an chlorierter Isocyanursäure bzw. deren Salze ist im Vergleich zu den übrigen Tablettenbestandteilen verhältnismäßig gering, weshalb auch die wesentlichen Eigenschaften der Tablette, nämlich Tablettierbarkeit, Lagerbeständigkeit, Bruchfestigkeit und insbesondere die Zerfalls- und Löslichkeitseigenschaften in Wasser, in erster Linie von den Waschmittelbestandteilen bestimmt wird. Derartige Tabletten, die nicht Gegenstand des vorliegenden Schutzrechtes sind, zerfallen in kaltem, d.h. eine Temperatur von 15 - 20°C aufweisendem Wasser nur sehr langsam und sind wegen ihrer auf einen speziellen Verwendungszweck abgestimmten Zusammensetzung, insbesondere wegen des Gehaltes an Phosphaten, nicht universell anwendbar. Da bei derartigen Tabletten überdies die Gefahr besteht, daß sich die aktivchlorhaltige Verbindung während der Lagerung der Tablette zersetzt, werden vielfach spezielle Schutzmaßnahmen, z.B. das Überziehen der Tablette oder der aktivchlorhaltigen Verbindungen mit Hüllsubstanzen vorgeschlagen.

409829/0902

Tabletten mit hohem Gehalt an Dichlorisocyanursäure bzw. deren Alkalisalze haben den Nachteil, daß sie in kaltem Wasser verhältnismäßig langsam zerfallen. In der US-Patentschrift 3 120 378 wurde deshalb vorgeschlagen, solchen Tabletten als Sprengmittel Gemische aus Alkalicarbonaten oder Dicarbonaten und festen organischen Säuren zuzumischen. Bei Zugabe von Wasser wird Kohlendioxid frei, welches den Zerfall der Tablette begünstigen soll. Anstelle einer zusätzlichen Säure kann auch die Dichlorisocyanursäure selbst verwendet werden. In der Patentschrift sind nur die Zerfallszeiten in 50°C warmem Wasser angegeben, wo sie zwischen 11 und 30 Sekunden betragen. Testversuche haben jedoch ergeben, daß die Zerfallszeiten in 15 bis 20°C kaltem Wasser auf mehr als zwei Minuten ansteigen. Ein weiterer schwerwiegender Nachteil besteht darin, daß die Tablette nach der Pressung noch einige Zeit bei Temperaturen zwischen 50 und 200°C nachgetrocknet werden muß, wobei Verluste an Aktivchlor eintreten können.

Es bestand daher die Aufgabe, eine Tablette zu entwickeln, die hohe Anteile an Aktivchlorverbindung enthält, einfach herzustellen ist und insbesondere im Anschluß an die Pressung keiner Nachbehandlung bedarf, während der Lagerung keine Aktivchlorverluste erleidet und bereits in kaltem Wasser innerhalb kurzer Zeit zerfällt. Gegenstand der Erfindung, mit der diese Aufgabe gelöst wird, ist eine schnelllösliche, bleichend und desinfizierend wirkende Tablette mit einem Gehalt an Alkalidichlorisocyanurat, gekennzeichnet durch einen Gehalt an 80 bis 97 Gew.-% an Natrium- und/oder Kaliumdichlorisocyanurat, 2,5 bis 18 Gew.-% einer im Wasser quellbaren bzw. löslichen Stärke und/oder Carboxymethylstärke, 0,3 bis 1,5 Gew.-% an Magnesium- und/oder Calciumseifen von gesättigten, 16 bis 20 Kohlenstoffatome aufweisenden Fettsäuren und 0,2 bis 1,5 Gew.-% eines feinteiligen anorganischen bzw. mineralischen Trennmittels.

Als Chlorträger kommen Natrium- oder Kaliumdichlorisocyanurat oder deren Gemische in beliebigem Verhältnis infrage. Da hinsichtlich der Lagerstabilität der tablettierten Salze kein Unterschied besteht, wird vorzugsweise das kostengünstigere und einen höheren Aktivchlorgehalt aufweisende Natriumsalz verwendet. Insbesondere soll der Gehalt an Natriumdichlorisocyanurat 90 - 96 Gew.-% betragen.

Bei der in der Tablette enthaltenen Stärke kann es sich um native Stärke, wie Kartoffel-, Mais-, Weizen- oder Reisstärke oder um chemisch teilweise abgebaute bzw. carboxymethylierte Stärke handeln. Besonders geeignet sind native Kartoffelstärke und Carboxymethylstärke, wobei letztere pro Anhydroglycose-Einheit 0,15 bis 0,5 Carboxymethylgruppen aufweisen soll. Die Carboxymethylstärke kann sowohl in Säureform als auch als Alkalimetallsalz, insbesondere als Natriumsalz vorliegen. Auch Gemische der vorgenannten Stärken und Stärkeäther, insbesondere von Kartoffelstärke und Carboxymethylstärke, sind brauchbar. Vorzugsweise soll der Gehalt an Stärke bzw. Carboxymethylstärke 3 bis 9,5 Gew.-% betragen.

Als Plastifizierungsmittel, das in Mengen von 0,2 bis 1,5, vorzugsweise 0,3 bis 1 Gew.-% anwesend ist, kommt in erster Linie Magnesiumstearat infrage. Weitere geeignete Mittel sind die Palmitate und Arachinate des Magnesiums und Calciums sowie deren Gemische untereinander bzw. mit Magnesiumstearat.

Als weitere Komponente sind in Mengen von 0,2 bis 1,5 Gew.-%, vorzugsweise 0,3 bis 1 Gew.-% feinteilige anorganische bzw. mineralische, quellförmige Verbindungen anwesend, die als Trennmittel wirken. Geeignet sind z.B. feinteilige bzw. kolloidale Kieselsäure, insbesondere das unter dem Handelsnamen "Aerosil" bekannte Präparat, ferner Aluminium- und Magnesiumoxid, Phosphate, Carbonate und Silikate des Calciums oder Magnesium sowie Aluminosilikate bzw. Mineralien,

die diese Verbindungen enthalten, wie Bentonit. Auch Gemische der vorgenannten Mittel sind geeignet. Vorzugsweise wird feinteiliges Siliciumdioxid (Aerosil[®]) in Mengen von 0,2 bis 1 Gew.-% verwendet.

Gegebenenfalls können die Substanzen noch geringe Mengen weiterer, in Tabletten üblicherweise verwendeter Hilfsstoffe enthalten. Hierzu zählen Netzmittel, beispielsweise Alkylsulfate, Alkansulfonate, Dialkylsulfosuccinate, Olefinsulfonate oder Alkylbenzolsulfonate, die in Mengen bis zu 2 Gew.-% anwesend sein können, sowie Farbstoff bzw. Pigmente, mit denen den Tabletten eine auffällige Färbung oder Sprengelung verliehen werden kann, um einer Verwechslung mit medikamentösen Tabletten vorzubeugen. Es können sowohl chlorstabile als auch durch Chlor in Gegenwart von Wasser entfärbbare Farbstoffe verwendet werden.

Das Mischen der vorgenannten Bestandteile und Verpressen erfolgt in üblicher Weise, ohne daß eine Vorbehandlung bzw. ein Granulieren des Aktivchlorträgers erforderlich ist. Der Preßdruck bei der Tablettierung beträgt im allgemeinen zwischen 100 und 1000 kg/cm², vorzugsweise 150 bis 750 kg/cm². Ein Durchmesser der Tabletten von 10 bis 30 mm und eine Dicke von 2 bis 20 mm hat sich als zweckmäßig erwiesen, da Tabletten dieser Größe gut zu handhaben sind und mit der erwünschten hohen Geschwindigkeit in kaltem Wasser zerfallen.

Eine Nachbehandlung, insbesondere ein Nachtrocknen oder Überziehen mit einem Schutzfilm ist nicht erforderlich.

Die Zusammensetzung der Tabletten ist so gewählt, daß sie einen hohen Gehalt an Aktivchlor aufweisen, also nur wenig inerte Stoffe enthalten. Sie weisen eine hohe Lagerstabilität auf, d.h. der Verlust an Aktivchlor ist während einer

mehrmonatigen Lagerzeit nur minimal. Dies muß als besonders überraschend angesehen werden, da erwartet werden mußte, daß die zur Tablettierung verwendeten nativen Stärken bzw. Stärkeäther als Chlorakzeptoren wirken würden. Ihre mechanische Stabilität entspricht den an solche Präparate üblicherweise gestellten Anforderungen. Besonders hervorzuheben ist ihre geringe, ca. 10 bis 25 Sekunden betragende Zerfallszeit in Wasser von 15 bis 20°C.

Die Tabletten können für sich allein zur Herstellung von Bleich- und Desinfektionslösungen bzw. zum Sterilisieren von Lösungen verwendet werden. Sie können darüberhinaus mit üblichen, zur Textilwäsche geeigneten Waschmittel, Reinigungsmitteln, Spülmitteln, alkalischen Flaschenreinigern oder maschinellen Geschirrspülmitteln angewendet bzw. kombiniert werden.

B e i s p i e l e

=====

Beispiel 1

93,4 Gewichtsteile Natriumdichlorisocyanurat wurden mit 5,3 Gewichtsteilen nativer Kartoffelstärke, 0,7 Gewichtsteilen Magnesiumstearat und 0,6 Gewichtsteilen kolloidalem Siliciumdioxid (Aerosil[®]) vermischt und bei einem Preßdruck von 350 kg/cm² zu Tabletten verpreßt. Der Durchmesser der Tabletten betrug 20 mm, die Dicke 5,5 mm und das Gewicht 2,6 g.

Zur Prüfung der Zerfallszeit wurden die Tabletten in ein 400 ml fassendes, mit 200 ml Wasser von 18°C und 16° dH gefülltes Becherglas eingeworfen. Nach einer Ruhezeit von 10 Sekunden wurde ein am Boden des Becherglases liegender Magnetrührer (Länge des mit Teflon[®] umhüllten Rührstabes 30 mm, Dicke 7 mm) mit einer Umdrehungszahl von 500 Touren/Min. in Gang gesetzt. Nach insgesamt 15 Sekunden, d.h. 5 Sekunden nach Einsetzen des Rührens, waren die Tabletten zerfallen.

Zum Vergleich wurde eine Tablette aus 91,7 Gewichtsteilen Natriumdichlorisocyanurat, 4,8 Gewichtsteilen Natriumbicarbonat, 2,8 Gewichtsteilen Weinsäure und 0,7 Gewichtsteilen Magnesiumstearat unter gleichen Bedingungen hergestellt. Die Zerfallszeit betrug in diesem Falle 90 Sekunden.

Zur Prüfung der Lagerbeständigkeit wurden die Tabletten bei 25°C in einem verschlossenen Glasgefäß aufbewahrt. Der durch Titration bestimmte Gehalt an Aktivchlor betrug vor Beginn des Lagertests 58,0 % ($\pm 0,1$ %) und nach 4 Monaten 56,8 % ($\pm 0,1$ %), jeweils bezogen auf das Gewicht der Tablette, d.h. nur 2 % des eingesetzten Aktivchlors hatten sich während der Lagerung zersetzt.

Beispiel 2

In gleicher Weise hergestellte Tabletten, enthaltend 93,4 Gewichtsteile Natriumdichlorisocyanurat, 5,3 Gewichtsteile Natriumcarboxymethylstärke (aus Kartoffelstärke, Substitutionsgrad 0,25 Carboxymethylgruppe pro Anhydroglucose, Feuchtigkeitsgehalt 10 %), 0,7 Gewichtsteile Magnesiumstearat und 0,6 Gewichtsteile Aerosil[®] mit einem Durchmesser von 20 mm, einer Dicke von 6 mm und einem Gewicht von 2,6 g wiesen in Wasser von 18°C und 16° dH unter den in Beispiel 1 angegebenen Bedingungen eine Zerfallszeit von 14 - 15 Sekunden auf. Der Aktivchlorverlust während einer viermonatigen Lagerzeit betrug 2,1 % des eingesetzten Aktivchlors.

P a t e n t a n s p r ü c h e
=====

1. Schnelllösliche, bleichend und desinfizierend wirkende Tablette mit einem Gehalt an Alkalidichlorisocyanurat, gekennzeichnet durch einen Gehalt an 80 bis 97 Gew.-% an Natrium- und/oder Kaliumdichlorisocyanurat, 2,5 bis 18 Gew.-% einer im Wasser quellbaren löslichen Stärke und/oder Carboxymethylstärke, 0,3 bis 1,5 Gew.-% an Magnesium- und/oder Calciumseifen von gesättigten, 16 bis 20 Kohlenstoffatome aufweisenden Fettsäuren und 0,2 bis 1,5 Gew.-% eines feinteiligen anorganischen bzw. mineralischen Trennmittels.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärke aus nativer Kartoffelstärke besteht.
3. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Carboxymethylstärke 0,15 bis 5 Carboxymethylgruppen pro Anhydroglucose-Einheit aufweist.
4. Mittel nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Stärke bzw. Carboxymethylstärke 3 bis 9,5 Gew.-% beträgt.
5. Mittel nach Anspruch 1 bis 4, gekennzeichnet durch einen Gehalt von 0,3 bis 1 Gew.-% an Magnesiumstearat.
6. Mittel nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das feinteilige anorganische Trennmittel aus Oxiden des Siliciums, Aluminiums oder Magnesiums bzw. aus Phosphaten, Carbonaten oder Silikaten des Calciums oder Magnesiums oder Alumosilikaten sowie deren Gemischen besteht.

7. Mittel nach Anspruch 1 bis 6, gekennzeichnet durch einen Gehalt von 0,3 bis 1 Gew.-% an kolloidal löslichem Siliciumdioxid.
8. Mittel nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es in Mengen bis zu 2 Gew.-% mindestens eines oberflächenaktiven Netzmittels enthält.

409829/0902